

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-278951

(43)Date of publication of application : 12.10.1999

(51)Int.Cl.

C04B 37/00
B23K 35/30
B23K 35/40
C04B 37/02
C04B 37/04

(21)Application number : 10-098216

(71)Applicant : NGK INSULATORS LTD

(22)Date of filing : 27.03.1998

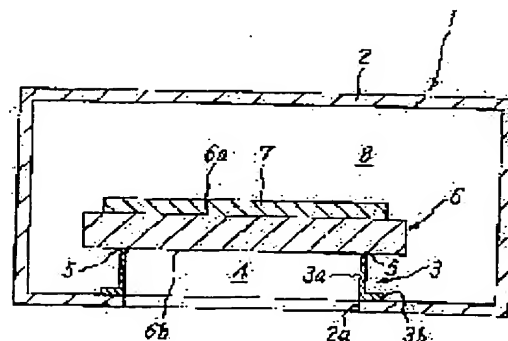
(72)Inventor : OHASHI KUOAKI
FUJII TOMOYUKI

(54) PRODUCTION OF BONDED BODY AND BONDED BODY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To maintain a bonded state of a bonded body for a long period of time even in the case of exposing a brazing material layer to an oxidizing atmosphere in a high-vacuum atmosphere at a high temperature in obtaining the bonded body by bonding a ceramic member to a metal member with the metal brazing material layer.

SOLUTION: A brazing material containing 50-99 wt.% of copper, 0.5-20 wt.% of aluminum and 0.5-5 wt.% of one or more active metals selected from the group consisting of titanium, zirconium, hafnium, vanadium and niobium is used. A ceramic member 6 is brazed to another member 3 to give a bonded body provided with the ceramic member 6, the other member 3 and a brazing material layer. The brazing material layer is heated in an oxidizing atmosphere at a temperature preferably lower than the solidus line of the brazing material.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

15.08.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-278951

(43) 公開日 平成11年(1999)10月12日

(51) Int. Cl.⁶
 C 0 4 B 37/00
 B 2 3 K 35/30
 35/40
 C 0 4 B 37/02
 37/04

識別記号
 3 1 0
 3 4 0

P I
 C 0 4 B 37/00 B
 B 2 3 K 35/30 3 1 0 C
 35/40 3 4 0 J
 C 0 4 B 37/02 B
 37/04

審査請求 未請求 請求項の数9 FD (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平10-98216
 (22) 出願日 平成10年(1998) 3月27日

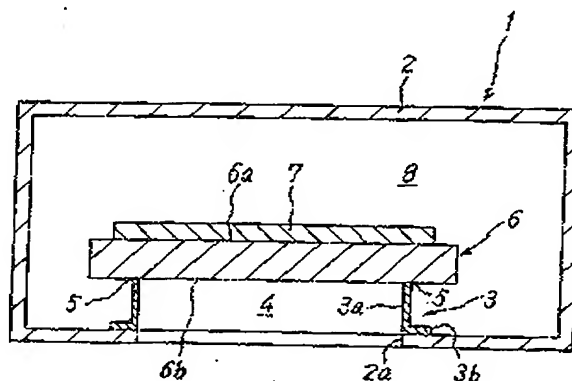
(71) 出願人 000004064
 日本碍子株式会社
 愛知県名古屋市中区瑞穂区須田町2番56号
 (72) 発明者 大橋 玄章
 愛知県名古屋市中区瑞穂区須田町2番56号 日
 本碍子株式会社内
 (72) 発明者 藤井 知之
 愛知県名古屋市中区瑞穂区須田町2番56号 日
 本碍子株式会社内
 (74) 代理人 弁理士 杉村 暁秀 (外8名)

(54) 【発明の名称】 接合体の製造方法および接合体

(57) 【要約】

【課題】セラミックス部材と金属部材とを金属ろう材層によって接合し、接合体を得るのに際して、ろう材層を酸化性雰囲気、高真空雰囲気に対して高温で曝露した場合にも、長期間にわたって接合状態を維持できるようにする。

【解決手段】銅を50-99重量%、アルミニウムを0.5-20重量%およびチタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウムおよびニオブからなる群より選ばれた一種以上の活性金属を0.5-5重量%含有するろう材を使用する。セラミックス部材6と他の部材3とをろう付けし、セラミックス部材6、他の部材3およびろう材層を備える接合体を得る。ろう材層を酸化性雰囲気下で、好ましくはろう材の固相線以下の温度で加熱する。



(2)

特開平11-278951

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】セラミックス部材と他の部材との接合体を製造する方法であって、銅を50-99重量%、アルミニウムを0.5-20重量%およびチタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウムおよびニオブからなる群より選ばれた一種以上の活性金属を0.5-5重量%含有するろう材を使用し、前記セラミックス部材と前記他の部材とをろう付けすることによって、前記セラミックス部材、前記他の部材およびろう材層を備える接合体を得、前記ろう材層を酸化性雰囲気下で加熱することを特徴とする、接合体の製造方法。

【請求項2】前記ろう材層を前記ろう材の固相線以下の温度で加熱することを特徴とする、請求項1記載の接合体の製造方法。

【請求項3】前記セラミックス部材が窒化アルミニウムからなり、前記他の部材がコバルトからなることを特徴とする、請求項1または2記載の接合体の製造方法。

【請求項4】セラミックス部材と他の部材との接合体であって、

前記セラミックス部材と前記他の部材とがろう材層を介して接合されており、前記ろう材層が、銅を50-99重量%、アルミニウムを0.5-20重量%およびチタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウムおよびニオブからなる群より選ばれた一種以上の活性金属を0.5-5重量%含有するろう材であって、酸化性雰囲気下で加熱処理されたろう材からなることを特徴とする、接合体。

【請求項5】セラミックス部材と他の部材との接合体であって、

前記セラミックス部材と前記他の部材とがろう材層を介して接合されており、前記ろう材層が、銅を50-99重量%、アルミニウムを0.5-20重量%およびチタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウムおよびニオブからなる群より選ばれた一種以上の活性金属を0.5-5重量%含有するろう材からなり、ろう材中のアルミニウムが前記ろう材層の表面側に拡散し、酸化することによって前記ろう材層の表面側に不働態化層が生成していることを特徴とする、接合体。

【請求項6】前記接合体が、半導体製造用チャンバーに対して取り付けられるための接合体であることを特徴とする、請求項4または5記載の接合体。

【請求項7】前記ろう材層が、前記チャンバー外の不活性または酸化性を有する雰囲気と、前記チャンバー外の雰囲気よりも圧力が低い前記チャンバー内の雰囲気に対して曝露されるものであることを特徴とする、請求項6

2

を備えており、このろう材層が、前記チャンバー外の酸化性雰囲気と、前記チャンバー外の前記酸化性雰囲気よりも圧力が低い前記チャンバー内雰囲気に対して曝露されるものであり、前記ろう材層が、銅を50-99重量%、アルミニウムを0.5-20重量%およびチタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウムおよびニオブからなる群より選ばれた一種以上の活性金属を0.5-5重量%含有するろう材によって形成されていることを特徴とする、接合体。

10 【請求項9】前記セラミックス部材が窒化アルミニウムからなり、前記他の部材がコバルトからなることを特徴とする、請求項4-8のいずれか一つの請求項に記載の接合体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、セラミックス部材と他の部材との接合体、接合体の製造方法に関するものである。

【0002】

20 【従来の技術】窒化アルミニウム焼結体からなる基材同士を直接接合する方法は知られている。例えば、特開平2-124778号公報においては、窒化アルミニウム基材を1800℃～1900℃に加熱し、拡散接合により一体化している。特開平8-13280号公報によれば、比較的強度の高い窒化アルミニウム焼結体の接合体が開示されている。

【0003】また、特に窒化物セラミックス部材を、他の窒化物セラミックス部材とろう付けしたり、あるいは金属部材とろう付けしたりする方法が知られている。例えば、特開平8-277171号公報においては、アルミニウム、銅またはニッケルを主成分とし、チタン等の活性金属を添加し、このろう材によって窒化アルミニウム部材同士を接合することによって、C1F3等のハロゲン系腐食性ガスに対して高い耐蝕性を有する接合体を得ている。このろう材は、ハロゲン系腐食性ガスによって腐食されにくく、しかも窒化アルミニウムの表面に濡れやすいものであった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、用途によっては問題が残されている。例えば、高温用途の半導体製造装置においては、セラミックス部材と金属部材とを接合する接合層が、500℃以上の高温で、半導体用チャンバー内外の各雰囲気に対して曝露される。チャンバー外の雰囲気は、大気や不活性ガスであり、チャンバー内の雰囲気は、例えば中高真空であるが、この中にハロゲン

(3)

特開平11-278951

3

蒸気圧が高いために、高真空下では揮発し、かつ大気に接触すると酸化しやすいので、ろう材層の寿命が短い。

【0006】本発明の課題は、セラミックス部材と金属部材とを金属ろう材層によって接合し、接合体を得るのに際して、ろう材層を酸化性雰囲気、高真空雰囲気などに対して高温で曝露した場合にも、長期間にわたって接合状態を維持できるようにすることである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、セラミックス部材と他の部材との接合体を製造する方法であって、銅を50-99重量%、アルミニウムを0.5-20重量%およびチタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウムおよびニオブからなる群より選ばれた一種以上の活性金属を0.5-5重量%含有するろう材を使用し、セラミックス部材と他の部材とをろう付けすることによって、セラミックス部材、他の部材およびろう材層を備える接合体を得、ろう材層を酸化性雰囲気下で加熱することとを特徴とする。

【0008】また、本発明は、セラミックス部材と他の部材との接合体であって、セラミックス部材と他の部材とがろう材層を介して接合されており、ろう材層が、銅を50-99重量%、アルミニウムを0.5-20重量%およびチタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウムおよびニオブからなる群より選ばれた一種以上の活性金属を0.5-5重量%含有するろう材であって、酸化性雰囲気下で加熱処理されたろう材からなることを特徴とする。

【0009】また、本発明は、セラミックス部材と他の部材との接合体であって、セラミックス部材と他の部材とがろう材層を介して接合されており、ろう材層が、銅を50-99重量%、アルミニウムを0.5-20重量%およびチタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウムおよびニオブからなる群より選ばれた一種以上の活性金属を0.5-5重量%含有するろう材からなり、ろう材中のアルミニウムがろう材層の表面側に拡散し、酸化することによってろう材層の表面側に不働態化層が生成していることを特徴とする。

【0010】また、本発明は、半導体製造用チャンバーに対して取り付けするための接合体であって、接合体が、セラミックス部材、他の部材およびセラミックス部材と他の部材とを接合するろう材層を備えており、ろう材層が、チャンバー外の酸化性雰囲気と、チャンバー内の酸化性雰囲気よりも圧力が低いチャンバー内雰囲気に対して曝露されるものであり、ろう材層が、銅を50-99重量%、アルミニウムを0.5-20重量%およびチタ

4

ミックス部材に対するろう材の濡れ性が良好になり、高温時のろう材層の不働態性が低くなることを見いだした。その上、このろう材層を高温の酸化性雰囲気に対して曝露すると、ろう材層の表面領域に、アルミニウムおよび酸素を主成分とする不働態化層が生成し、この結果、高温の酸化性雰囲気、オゾン雰囲気、ハロゲン系腐食性ガス雰囲気に対して、極めて高い耐蝕性が得られることを見いだした。

【0012】なお、ろう材層の表面領域に前記のような不働態化層を生成させるためには、ろう材層を600℃-958℃（望ましくは800℃-958℃）の温度で、酸化性雰囲気、例えば大気に対して曝露することができる。

【0013】また、セラミックス部材を他の部材と接合して接合体を製造した後、この接合体を高温の酸化性雰囲気に対して曝露することなく、半導体製造用チャンバーに対して設置することができる。この場合にも、半導体製造用チャンバーの少なくとも外側雰囲気が大気等の酸化性雰囲気であり、かつ接合体が800℃-958℃の温度にさらされる場合には、接合体を使用し始めると、早期にろう材層の表面領域に不働態化層が生成するので、本発明の効果を奏することができる。

【0014】セラミックス部材としては、ハロゲン系腐食性ガスに対して耐蝕性を有するセラミックスが好ましく、特に窒化アルミニウムまたは緻密窒化アルミナが好ましく、95%以上の相対密度を有する窒化アルミニウム質セラミックス、アルミナに対して特に好適である。セラミックス部材の中には、種々の焼結助剤や着色剤などの添加剤を含有させ得る。また、セラミックス部材が、ホットプレス焼結またはホットアイソスタティックプレス焼結法による焼成品である場合にも、好適である。

【0015】他の部材は、前述のようなセラミックス部材か、あるいは、ハロゲン系腐食性ガスに対して耐蝕性を有する金属が好ましく、特にニッケル、銅、アルミニウムおよびこれらの合金からなる群より選ばれた金属が好ましい。

【0016】セラミックス部材中には、抵抗発熱体、静電チャック用電極、プラズマ発生用電極などの機能性部品を埋設することかできる。また、シャドーリング、高周波プラズマを発生させるためのチューブ、高周波プラズマを発生させるためのドームなどに対して本発明を適用できる。セラミックス部材に対して接合される他の部材としては、サセプターをチャンバーに取り付けるための耐蝕性金属製のリングが特に好適である。

【0017】例えば、図1に模式的に示すように、半導

(4)

特開平11-278951

5

5

にはフランジ部3bが設けられており、フランジ部3bがチャンパー2の内面に対して接合されている。2aはチャンパー2の開口である。リング3とサセプター6との接合部分5は、チャンパー内雰囲気8と、チャンパー外雰囲気4とに対して曝露される。

【0018】ろう材中には、銅を50-99重量%含有させる必要がある。銅の割合が99重量%を超えると、アルミニウム金属による接合効果および活性金属による接合性が発現しなくなる。アルミニウムの割合が0.5重量%未満であると、アルミニウムの酸化物保護膜が、ろう材層の表面を十分に被覆できなくなる。望ましくは、銅80-95重量%、アルミニウム1.0-10重量%が良い。

【0019】ろう材中には、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウムおよびニオブからなる群より選ばれた活性金属を含有させる必要がある。この割合を0.5重量%以上（更に好ましくは1重量%以上）とすることによって、窒化アルミニウム部材の割れ性が著しく改善される。この割合を5重量%以下（更に好ましくは3重量%以下）とすることによって、酸化雰囲気やハロゲン系腐食性ガス雰囲気に対する耐蝕性が一層向上した。

【0020】上記の活性金属の中で、チタンが特に好ましい。

【0021】ろう材中には、第四成分として珪素またはホウ素を含有させることができる。こうした第四成分の作用は、融点の降下である。同じ温度でも、第四成分を添加することによって、ろう材の流動性が良くなる。第四成分の含有割合が20重量%を超えると、接合層の耐食性が悪くなるため、20重量%以下とすることが好ましい。第四成分の含有割合は、1-12重量%とするとさらに好ましい。

【0022】ろう材層における不動体化層の厚さは、0.1μm以上、更には1.0μm以上とすることが、耐酸化性の点から好ましい。また、100μm以下、更には50μm以下とすることが、接合強度の点から好ま*

*しい。

【0023】ろう材を加熱しながら酸化させる際の条件は、ろう材の固相線温度以下とするが、1058℃以下とすることが更に好ましい。また、800℃以上とすることが好ましく、850℃以上とすることが一層好ましい。例えば800℃では1時間以上酸化処理することが好ましく、850℃では0.2時間以上酸化処理することが好ましく、900℃では0.2時間-5時間酸化処理することが好ましい。

10 【0024】

【実施例】以下、具体的な実施例について説明する。図1に示すような円盤状のセラミックスサセプターとリングとを、本発明の方法に従って接合した。ただし、サセプターの材質は、純度99.9%、密度3.26g/cm³の窒化アルミニウム焼結体とし、サセプターの寸法は、直径φ208mm×厚さ10mmとした。また、リングの材質はコバル合金とし、リングの外径は200mmとし、内径は198mmとし、高さは20mmとした。

20 【0025】サセプターの背面とリングの末端面とを対向させ、これらの間にろう材を介在させた。ろう材の組成は、銅：92.75重量%、アルミニウム：2重量%、チタン：2.25重量%、珪素：3重量%とした。この組み立て体を1050℃で10分間保持し、サセプターとリングとをロウ付けし、接合体を得た。

【0026】このロウ付け直後の接合体の接合部分にあるろう材層の断面を研磨し、研磨面を走査型電子顕微鏡写真によって観測した。図2は、このろう材層の写真を示す。ロウ付け直後のろう材層は、灰色のマトリックス（連続相）と、マトリックスの間にある粒状の黒色の分散相とに分かれていた。これらの各相における組成を、EDSによって測定し、表1に示す。

【0027】

【表1】

	銅	アルミニウム	チタン	珪素
マトリックス（灰色）	87.7	4.63	2.41	5.26
分散相（黒色）	46.83	—	22.27	20.8

【0028】次いで、この接合体を、大気中で、表2に示す各温度、各時間、酸化処理した。得られた接合体について、外観を目視観察した。また、接合部分の断面を研磨し、研磨面を走査型電子顕微鏡によって観察し、表

面にある膜の厚さを測定した。これらの測定結果を表2に示す。

【0029】

【表2】

(5)

特開平11-278951

7

8

	酸化処理 温度 (℃)	酸化処理 時間 (時間)	不動体化層 の厚さ (μm)	外 観
1	800	0.2	観測できず	変色ほとんどなし
2	800	1.0	0.1	変色ほとんどなし
3	800	5.0	0.2	変色あり
4	800	100	3.0	変色あり
5	850	0.2	0.35	変色あり
6	850	5.0	0.65	変色あり
7	850	20.0	1.07	変色あり
8	900	0.2	0.51	変色あり
9	900	5.0	1.2	変色あり
10	900	20.0	測定不能	ろう材が腐食した
11	1000	0.2	測定不能	ろう材が半溶解

【0030】以上述べたように、酸化処理温度時の温度を800℃-900℃とし、酸化処理時間を制御すること、例えば0.1μm-3.0μmの厚さを有する不動体化層を、ろう材層の表面に形成できることがわかった。そしてこの不動体化層は、ろう材層の表面の変色として目視で観測できた。800℃で0.2時間熱処理した場合には、酸化層は明瞭には観測できなかった。900℃で20時間熱処理した場合には、ろう材層の表面が腐食し、無数の凹凸が生成した。1000℃で0.2時間熱処理した場合には、ろう材が半溶解した。

【0031】図3には、800℃で100時間、酸化処

理した例（実験番号4）について、その断面の走査型電子顕微鏡写真を示す。この断面写真から見て、ろう付け直後のろう材層に、変質が進行していることがわかる。即ち、ろう材層の表面側には不動体化層が明らかに生成している。これとともに、酸化層の内側は、マトリックス（連続相）と分散相とからなっているが、マトリックスは白色になり、分散相は灰色になっていた。表3に、各相における組成の測定結果を示す。

【0032】

【表3】

	銅	アルミニウム	チタン	珪素
マトリックス（白色）	87.82	—	4.19	7.99
分散相（灰色）	56.7	—	26.72	16.58

【0033】マトリックス、分散相からはアルミニウムが消失し、ろう材層の表面側に拡散し、不動体化層を生成していることが分かる。

【0034】（高温の真空中における耐久試験）実験番号4、7の各試料を、500℃、 1×10^{-7} トルの真空中に100時間保持した。その後、図1のサセプターとリングとの接合部5のシール性を、ヘリウムリーク測定装置で評価したところ、耐久試験前後ともに、ヘリウムリーク量は、 1×10^{-7} Torr・l/s未満であり、耐久試験後にもシール性の悪化は認められなかった。

【0035】（高温の酸化性雰囲気における耐久試験）

後にもシール性の悪化は認められなかった。

【0036】（比較例）前述のろう付け工程において、銀63重量%、銅35.25重量%、チタン1.75重量%のろう材を使用した。ろう付け時の温度は850℃とし、このろう付け温度での保持時間は10分間とし、比較例の接合体を得た。

【0037】この接合体を、前述の高温の真空中における耐久試験、高温の酸化性雰囲気における耐久試験に供したところ、いずれも、耐久試験前にはヘリウムリーク量が 1×10^{-7} Torr・l/s未満であったが、耐久試験後には、 1×10^{-7} Torr・l/sを超えており、シール性の劣化が認められた。シール性が劣化した

(5)

特開平11-278951

9

10

形態を例示するものである。

【0039】図4の接合形態においては、リング3の末端面10がサセプター6の背面6bに対して接合されている。図4-図10において、リングは好ましくはコパールからなり、サセプターは好ましくは窒化アルミニウムからなる。ここで、ろう材層11の幅1をリング3の厚さtで割った値(1/t)は、1.5以上、2.0以下とすることが好ましく、2以上、10以下とすることが一層好ましく、これによって接合部5に発生する熱応力を緩和しやすい。

【0040】図5の接合形態におけるように、リング3Aの厚さtを0.8mm以下とすることによっても、接合部5に発生する熱応力を一層緩和できる。ただし、リングの厚さは、通常1.0mm以上である。

【0041】また、図6-図9に示すように、ろう材層が設けられるリングの表面および/またはサセプターの表面に、C面あるいはR面を設けることによって、ろう材層のフレット形状を制御でき、これによって接合部の残留応力が小さくなる。

【0042】例えば、図6に示すように、リング3Bの末端面10側に、C面12を設けることができる。また、図7に示すように、サセプター6の外周縁部側にC面13を設けることによって、ろう材層11の厚さがゆるやかに傾斜し、残留応力が小さくなる。

【0043】また、図8に示すように、サセプター6の内周面側に平面的に見て円形の凹部15を設け、凹部15の周縁にC面16を設けることができる。そして、C面16にろう材層11の一部分を位置させる。また、図9に示すように、サセプター6に、外周面側のC面13と、凹部15および内周面側のC面16とを同時に設けることができる。むしろ、図7、図8、図9の各形態において、リング3側にもC面やR面を設けることができる。

【0044】また、リングとサセプターとの接合部分において、リングおよび/またはサセプターに凹凸を設けることができる。例えば、図10においては、リング3Cのサセプター背面との接合部分に、好ましくはリング3Cの全周にわたって、凹凸が設けられている。17は凹部であり、18は凸部であり、凹部17と凸部18とは交互に繰り返されている。これに応じて、ろう材層11には、肉厚部分17と肉薄部分18とが交互に繰り返されている。こうした構造を採用することによって、ろう付け時に、真空度を上昇させやすく、このためにろう材による濡れの不良が生じにくい。

【0045】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、セラミックス部材と金属部材とを金属ろう材層によって接合し、接合体を得るのに際して、ろう材層を酸化性雰囲気、高真空雰囲気に対して高温で曝露した場合にも、長期間にわたって接合状態を維持できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】半導体収容容器1のチャンパー2に対して、サセプター6とリング3との接合体を取り付けた状態を模式的に示す断面図である。

【図2】ろう付け直後の接合体の接合部分にあるろう材層の走査型電子顕微鏡写真である。

【図3】図2の接合体を、800℃で100時間、大気下で処理した後のろう材層の走査型電子顕微鏡写真を示す。

【図4】リング3とサセプター6との好適な接合形態を示す部分断面図である。

【図5】リング3Aとサセプター6との好適な接合形態を示す部分断面図である。

【図6】リング3Bとサセプター6との好適な接合形態を示す部分断面図であり、リング3BにC面12が設けられている。

【図7】リング3とサセプター6との好適な接合形態を示す部分断面図であり、サセプター6の外周縁部側にC面13が設けられている。

【図8】リング3とサセプター6との好適な接合形態を示す部分断面図であり、サセプター6の内周縁部側に凹部15とC面16とが設けられている。

【図9】リング3とサセプター6との好適な接合形態を示す部分断面図であり、サセプター6の外周縁部側にC面13が設けられており、サセプター6の内周縁部側に凹部15とC面16とが設けられている。

【図10】リング3Cとサセプター6との好適な接合形態を示す部分断面図であり、リング3Cのサセプターとの接合部分に凹凸が設けられている。

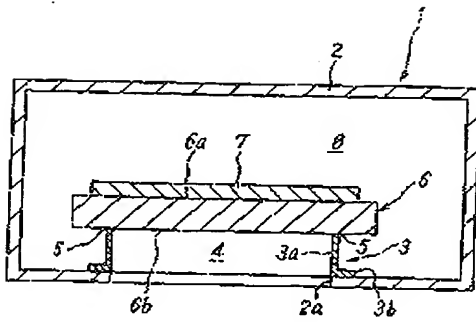
【符号の説明】

- | | | | | | |
|---------------|------------|--------------------------|--------------|-------------------|---------|
| 1 半導体収容容器 | 2 チャンパー | 3, 3A, 3B, 3C 耐熱性金属製のリング | 4 チャンパー外の雰囲気 | 5 サセプターとリングとの接合部分 | 6 サセプター |
| | 6a ウエハー設置面 | | | | |
| 8 チャンパー内の雰囲気 | 11 ろう材層 | | | | |
| 12, 13, 16 C面 | | | | | |

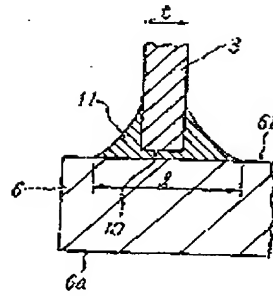
(7)

特開平11-278951

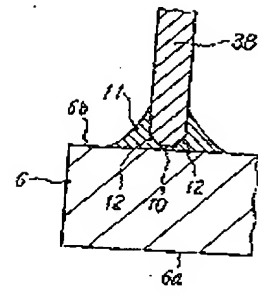
【図1】



【図4】

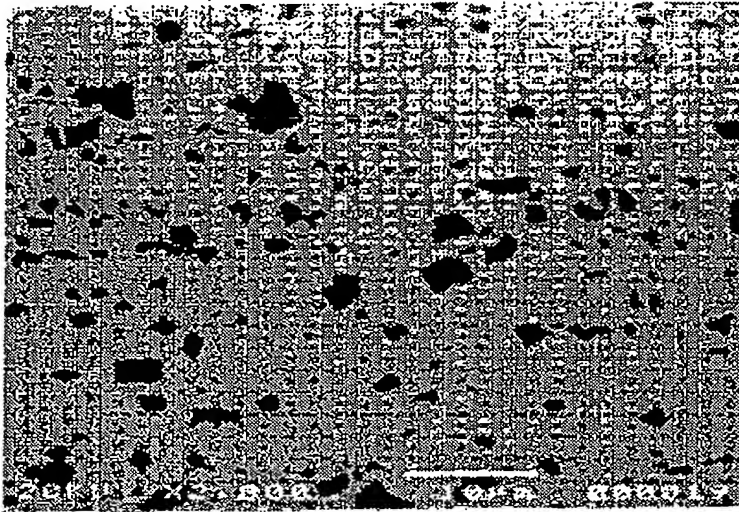


【図6】

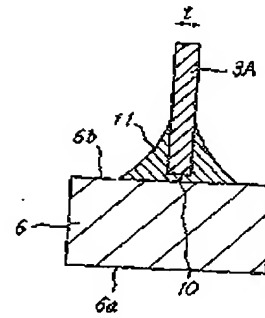


【図2】

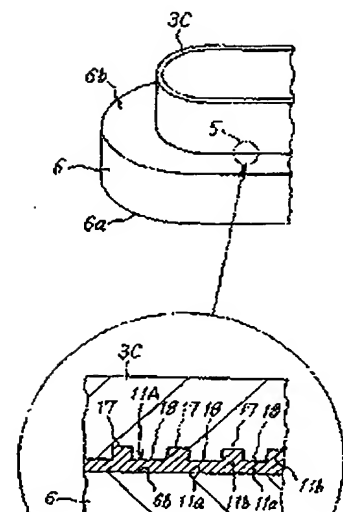
図面代用写真



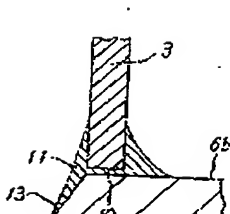
【図5】



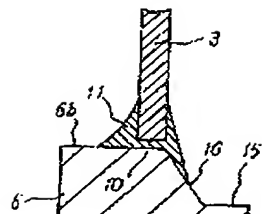
【図10】



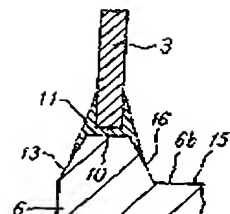
【図7】



【図8】



【図9】

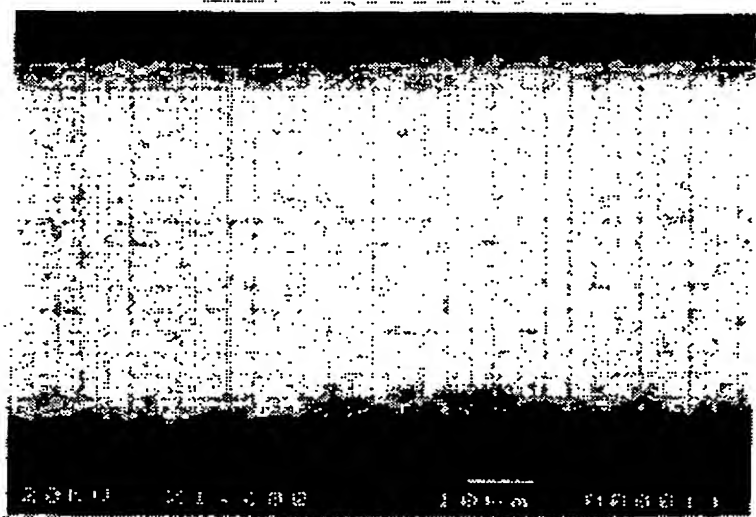


(8)

特開平11-278951

【図3】

図面代用写真





[JP,11-278951,A]

CLAIMS DETAILED DESCRIPTION TECHNICAL FIELD PRIOR ART EFFECT OF THE INVENTION
TECHNICAL PROBLEM MEANS EXAMPLE DESCRIPTION OF DRAWINGS DRAWINGS

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] It is the method of manufacturing a zygote of a ceramic member and other members. Copper 50 to 99 % of the weight, Aluminum 0.5 to 20 % of the weight and titanium, a zirconium, a hafnium, By using wax material which contains an active metal more than a kind chosen from a group which consists of vanadium and niobium 0.5 to 5% of the weight, and carrying out low attachment of a ceramic member, and said member besides the above A manufacture method of a zygote which obtains a zygote equipped with said ceramic member, a member besides the above, and a wax material layer, and is characterized by heating said wax material layer under an oxidizing atmosphere.

[Claim 2] A manufacture method of a zygote according to claim 1 characterized by heating said wax material layer at temperature below the solidus line of said wax material.

[Claim 3] A manufacture method of a zygote according to claim 1 or 2 characterized by for said ceramic member consisting of aluminum nitride, and a member besides the above consisting of covar.

[Claim 4] Are the zygote of a ceramic member and other members and a ceramic member, and said member besides the above are joined through a wax material layer. Said wax material layer for copper aluminum 50 to 99% of the weight 0.5 to 20 amount %, and titanium, A zygote characterized by consisting of wax material which is wax material which contains an active metal more than a kind chosen from a group which consists of a zirconium, a hafnium, vanadium, and niobium 0.5 to 5% of the weight, and was heat-treated under an oxidizing atmosphere.

[Claim 5] Are the zygote of a ceramic member and other members and a ceramic member, and said member besides the above are joined through a wax material layer. Said wax material layer for copper aluminum 50 to 99% of the weight 0.5 to 20 % of the weight, and titanium, It consists of wax material which contains an active metal more than a kind chosen from a group which consists of a zirconium, a hafnium, vanadium, and niobium 0.5 to 5% of the weight. A zygote characterized by a passivation layer generating to a front-face side of said wax material layer because aluminum in wax material spreads and oxidizes to a front-face side of said wax material layer.

[Claim 6] A zygote according to claim 4 or 5 characterized by said zygote being a zygote for attaching to a chamber for semiconductor manufacture.

[Claim 7] A zygote according to claim 6 characterized by said wax material layer being what exposed to an ambient atmosphere in said chamber with a pressure lower than an ambient atmosphere which has inactive [besides said chamber], or an oxidizing quality, and an ambient atmosphere besides said chamber.

[Claim 8] It is a zygote for attaching to a chamber for semiconductor manufacture. Said zygote is equipped with a wax material layer which joins a ceramic member, other members, and said member besides the above. This wax material layer An oxidizing atmosphere besides said chamber, [a ceramic member, and] It is what is exposed to an ambient atmosphere in said chamber where a pressure is lower than said oxidizing atmosphere besides said chamber. Said wax material layer for copper aluminum 50 to 99% of the weight 0.5 to 20 % of the weight, and titanium, A zygote characterized by being formed of wax material which contains an active metal more than a kind chosen from a group which consists of a zirconium, a hafnium, vanadium, and niobium 0.5 to 5% of the weight.

[Claim 9] A zygote given in any one claim of claim 4-8 characterized by for said ceramic member consisting of aluminum nitride, and a member besides the above consisting of covar.

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] This invention relates to the manufacture method of the zygote of a ceramic member and other members, and a zygote.

[0002]

[Description of the Prior Art] The method of joining directly the base materials which consist of an aluminum nitride sintered compact is learned. For example, in JP,2-124778,A, an aluminum nitride base material is heated at 1800 degrees C - 1900 degrees C, and it is unifying by diffused junction. According to JP,8-13280,A, the zygote of an aluminum nitride sintered compact with comparatively high reinforcement is indicated.

[0003] Moreover, low attachment is carried out with other nitride-ceramics members, or the method which has ****ed low attachment especially of the nitride-ceramics member enough with the metal member, and carries out it is learned. For example, in JP,8-277171,A, the zygote which has high corrosion resistance to the halogen system corrosive gas of ClF₃ grade has been obtained by using aluminum, copper, or nickel as a principal component, adding active metals, such as titanium, and joining aluminum nitride members by this wax material. This wax material was what is hard to be corroded by halogen system corrosive gas, and is moreover easy to get wet on the surface of aluminum nitride.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, the problem is left behind depending on the use. For example, in the semiconductor fabrication machines and equipment of a high-temperature-service way, the junctional zone which joins a ceramic member and a metal member is an elevated temperature 500 degrees C or more, and is exposed to each ambient atmosphere of the chamber inside and outside for semiconductors. The ambient atmospheres besides a chamber are atmospheric air and inert gas, and although the ambient atmosphere in a chamber is for example, an inside high vacuum, halogen system corrosive gas and ozone gas are supplied into this.

[0005] For example, in an elevated-temperature field 500 degrees C or more, since vapor pressure becomes high, an aluminum system wax is difficult to use it. Since vapor pressure is high in the elevated-temperature field of 500 degrees C or more too and it will be easy to oxidize to the case of a silver system wax, for example, a silver-copper-titanium system alloy wax, if it volatilizes under a high vacuum and atmospheric air is contacted, the life of a wax material layer is short.

[0006] The technical problem of this invention is enabling it to maintain a cementation condition over a long period of time, also when a wax material layer is exposed at an elevated temperature to an oxidizing atmosphere, a high vacuum ambient atmosphere, etc. on the occasion of joining a ceramic member and a metal member by the metal wax material layer, and obtaining a zygote.

[0007]

[Means for Solving the Problem] This invention is the method of manufacturing a zygote of a ceramic member and other members. For copper aluminum 50 to 99% of the weight 0.5 to 20 % of the weight, and titanium, By using wax material which contains an active metal more than a kind chosen from a group which consists of a zirconium, a hafnium, vanadium, and niobium 0.5 to 5% of the weight, and carrying out low attachment of a ceramic member and other members A zygote equipped with a ceramic member, other members, and a wax material layer is obtained, and it is characterized by heating a wax material layer under an oxidizing atmosphere.

[0008] Moreover, this invention is the zygote of a ceramic member and other members. A ceramic member and other members are joined through a wax material layer. A wax material layer for copper aluminum 50 to 99% of the weight 0.5 to 20 % of the weight, and titanium, It is the wax material which contains an active metal more than a kind chosen from a group which consists of a zirconium, a hafnium, vanadium, and niobium 0.5 to 5% of the weight, and is characterized by consisting of wax material heat-treated under an oxidizing atmosphere.

[0009] Moreover, this invention is the zygote of a ceramic member and other members. A ceramic member and other members are joined through a wax material layer. A wax material layer for copper aluminum 50 to 99% of the weight 0.5 to 20 % of the weight, and titanium, It consists of wax material which contains an active metal more than a kind chosen from a group which consists of a zirconium, a hafnium, vanadium, and niobium 0.5 to 5% of the weight. It is characterized by a passivation layer generating to a front-face side of a wax material layer because aluminum in wax material spreads and oxidizes to a front-face side of a wax material layer.

[0010] Moreover, this invention is a zygote for attaching to a chamber for semiconductor manufacture. A zygote is equipped with a wax material layer which joins a ceramic member, other members, and a ceramic member and other members. A wax material layer An oxidizing atmosphere besides a chamber, It is what is exposed to an ambient atmosphere in a chamber where a pressure is lower than an oxidizing atmosphere besides a chamber. A wax material layer is formed of wax material which contains an active metal more than a kind chosen from a group which consists aluminum of 0.5 to 20 % of the weight and titanium, a zirconium, a hafnium, vanadium, and niobium 50 to 99% of the weight in copper 0.5 to 5% of the weight.

[0011] this invention person found out that the wettability of wax material to a ceramic member became good, and the volatility of a wax material layer at the time of an elevated temperature became low, when wax material of a copper-aluminum-active metal system of the specific presentation range was used. When this wax material layer was moreover exposed to a hot oxidizing atmosphere, it found out that a passivation layer which uses aluminum and oxygen as a principal component generated to a surface field of a wax material layer, consequently very high corrosion resistance was acquired to it to a hot oxidizing atmosphere, an ozone ambient atmosphere, and a halogen system corrosive gas ambient atmosphere.

[0012] In addition, in order to make a surface field of a wax material layer generate the above non-dynamic body-sized layers, it is 600-degree-C temperature of -958 degree C (desirably 800-degree-C-958 degree C), and a wax material layer can be exposed to an oxidizing atmosphere, for example, atmospheric air.

[0013] Moreover, it can install to a chamber for semiconductor manufacture, without exposing this zygote to a hot oxidizing atmosphere, after joining a ceramic member to other members and manufacturing a zygote. Also in this case, if outside ambient atmospheres are oxidizing atmospheres, such as atmospheric air, at least, and it begins to use a zygote when [of a chamber for semiconductor manufacture] a zygote is exposed to 800-degree-C temperature of -958 degree C, since a non-dynamic body-sized layer will generate to a surface field of a wax material layer at an early stage, it is a book.

[0014] Ceramics which has corrosion resistance to halogen system corrosive gas as a ceramic member is desirable, especially aluminum nitride or a substantia-compacta alumina is desirable, and it is [as opposed to / especially / nature ceramics of aluminum nitride and an alumina which have 95% or more of relative density] suitable. Additives, such as various sintering acid and a coloring agent, may be made to contain in a ceramic member. Moreover, it is suitable also when a ceramic member is a burned product by hotpress sintering or hot isostatic press sintering process.

[0015] Other members have a desirable metal which has corrosion resistance to the above ceramic members or halogen system corrosive gas, and its metal chosen from a group which consists of nickel, copper, aluminum, and these alloys especially is desirable.

[0016] It can do [laying functional components, such as a resistance heating element, an electrode for electrostatic chucks, and an electrode for plasma generating, underground into a ceramic member, or]. Moreover, this invention is applicable to a dome for generating a tube for generating a shadow ring and RF plasma, and RF plasma etc. As other members joined to a ceramic member, especially a ring of corrosion-resistant metal for attaching a susceptor in a chamber is suitable.

[0017] For example, as typically shown in drawing 1 , a susceptor 6 is held into the chamber 2 of the semiconductor hold container 1, and the semiconductor wafer 7 is installed in wafer installation side 6a of a susceptor 6. Tubed part part 3a of a main part of the ring 3 of corrosion-resistant metal is joined to back 6b of a susceptor 6. 5 is a part for this

joint. Flange 3b is prepared in a ring 3, and flange 3b is joined to an inner surface of a chamber 2. 2a is the opening of a chamber 2. A part for the joint 5 of a ring 3 and a susceptor 6 is exposed to the ambient atmosphere 8 in a chamber, and the ambient atmosphere 4 outside a chamber.

[0018] It is necessary to make copper contain 50 to 99% of the weight in wax material. When a copper rate exceeds 99 % of the weight, the cementation effect by aluminum metal and cementation nature by active-metal stop being discovered. It becomes impossible for an oxide protective coat of aluminum to fully cover a front face of a wax material layer as a rate of aluminum is less than 0.5 % of the weight. Desirably, 80 to 95 % of the weight of copper and 1.0 to 10 % of the weight of aluminum are good.

[0019] It is necessary to make an active metal chosen from a group which consists of titanium, a zirconium, a hafnium, vanadium, and niobium contain in wax material. By making this rate into 0.5 % of the weight or more (still more preferably 1 % of the weight or more), the wettability of an aluminum nitride member is improved remarkably. By making this rate into 5 or less (still more preferably 3 or less % of the weight) % of the weight, corrosion resistance over an oxidizing atmosphere or a halogen system corrosive gas ambient atmosphere improved further.

[0020] In the above-mentioned active metal, especially titanium is desirable.

[0021] A part can be made to contain silicon or boron as the fourth component in wax material. An operation of such the fourth component is the drop of the melting point. Also at the same temperature, the fluidity of wax material becomes good by adding the fourth component. If a content rate of the fourth component exceeds 20 % of the weight, since the corrosion resistance of a junctional zone will worsen, it is desirable to consider as 20 or less % of the weight. When a content rate of the fourth component is made into 1 - 12 % of the weight, it is still more desirable.

[0022] As for thickness of an immobilization object-ized layer in a wax material layer, it is desirable from an oxidation-resistant point to be referred to as 0.1 micrometers or more and 1.0 more micrometers or more. Moreover, it is desirable from a point of bonding strength to be referred to as 100 micrometers or less and 50 more micrometers or less.

[0023] Although conditions at the time of making it oxidize, heating wax material are made below into solidus-line temperature of wax material, it is still more desirable to consider as 1058 degrees C or less. Moreover, it is desirable to consider as 800 degrees C or more, and it is much more desirable to consider as 850 degrees C or more. For example, it is desirable to oxidize at 800 degrees C for 1 hour or more, it is desirable to oxidize at 850 degrees C for 0.2 hours or more, and it is desirable to oxidize at 900 degrees C for -5 hours for 0.2 hours.

[0024]

[Example] Hereafter, a concrete example is explained. A disc-like ceramic susceptor and a disc-like ring as shown in drawing 1 were joined according to the method of this invention. However, construction material of a susceptor was used as the aluminum nitride sintered compact of 3 the purity of 99.9%, and the density of 3.26g/cm, and the size of a susceptor was made into 10mm in diameter phi208mmx thickness. Moreover, construction material of a ring was used as the covar alloy, the outer diameter of a ring was set to 200mm, the bore was set to 198mm, and height was set to 20mm.

[0025] The back of a susceptor and the end side of a ring were made to counter, and wax material was made to intervene among these. The presentation of wax material was made into titanium:2.25 amount % and silicon:3 % of the weight copper:92.75 amount % and aluminum:2% of the weight. This assembly object was held for 10 minutes at 1050 degrees C, and the hard soldering opium poppy and the zygote were obtained for the susceptor and the ring.

[0026] The cross section of the wax material layer in a part for the joint of the zygote immediately after this low attachment was ground, and the polished surface was observed with the scanning electron microscope photograph. Drawing 2 shows the photograph of this wax material layer. The wax material layer immediately after low attachment was divided into the black dispersed phase of the shape of a grain between gray matrices (continuous phase). The presentation in each of these phases is measured by EDS, and is shown in a table 1.

[0027]

[A table 1]

	銅	アルミニウム	チタン	珪素
マトリックス (灰色)	87.7	4.63	2.41	5.26
分散相 (黒色)	46.83	—	32.37	20.8

[0028] subsequently, each temperature which shows this zygote in a table 2 in atmospheric air and each time amount - it oxidized. Visual observation of the appearance was carried out about the obtained zygote. Moreover, the cross section for a joint was ground, the polished surface was observed with the scanning electron microscope, and the thickness of the film in a front face was measured. These measurement results are shown in a table 2.

[0029]

[A table 2]

	酸化処理 温度 (℃)	酸化処理 時間 (時間)	不動体化層 の厚さ (μm)	外 観
1	800	0.2	観測できず	変色はほとんどなし
2	800	1.0	0.1	変色はほとんどなし
3	800	5.0	0.2	変色あり
4	800	100	3.0	変色あり
5	850	0.2	0.35	変色あり
6	850	5.0	0.65	変色あり
7	850	20.0	1.07	変色あり
8	900	0.2	0.51	変色あり
9	900	5.0	1.2	変色あり
10	900	20.0	測定不能	ろう材が腐食した
11	1000	0.2	測定不能	ろう材が半溶解

[0030] As stated above, it turned out that temperature at the time of oxidation-treatment temperature is made into 800-degree-C-900 degree C, and the non-dynamic body-sized layer which has the thickness of 0.1 micrometers - 3.0 micrometer can be formed in the front face of a wax material layer by controlling oxidation-treatment time amount. And this non-dynamic body-sized layer has been visually observed as discoloration of the front face of a wax material layer. When it heat-treated at 800 degrees C for 0.2 hours, the oxidizing zone was not able to be observed clearly. When it heat-treated at 900 degrees C for 20 hours, the front face of a wax material layer corroded and countless irregularity generated. When it heat-treated at 1000 degrees C for 0.2 hours, wax material carried out the fritting solution.

[0031] The scanning electron microscope photograph of the cross section is shown in drawing 3 about the example (experimental run number 4) oxidized at 800 degrees C for 100 hours. It turns out that it sees from this cross-section photograph, and deterioration is advancing in the wax material layer immediately after low attachment. That is, to the front-face side of a wax material layer, the non-dynamic body-sized layer is generating clearly. Although the inside of an oxidizing zone consisted of a matrix (continuous phase) and a dispersed phase with this, the matrix became white and the dispersed phase had become gray. The measurement result of the presentation in each phase is shown in a table 3.

[0032]

[A table 3]

	銅	アルミニウム	チタン	珪 素
マトリックス (白色)	87.82	—	4.19	7.99
分散相 (灰色)	56.7	—	26.72	16.58

[0033] It turns out that aluminum disappears, it is spread in the front-face side of a wax material layer from a matrix and a dispersed phase, and the non-dynamic body-sized layer is generated.

[0034] (Durability test under a hot vacuum) Each sample of experimental run numbers 4 and 7 was held for 100 hours

under the ambient atmosphere (500 degrees C and 1×10 to 9 torrs). Then, when the helium leak measuring device estimated the seal nature of the joint 5 of the susceptor of drawing 1, and a ring, the amount of helium leaks is less than 1×10 to 8 Torr-l/s, and, as for aggravation of seal nature, durability test order was not accepted after the durability test.

[0035] (Durability test in a hot oxidizing atmosphere) Each sample of experimental run numbers 4 and 7 was held at 700 degrees C under atmospheric air for 100 hours. Then, when the helium leak measuring device estimated the seal nature of the joint 5 of the susceptor of drawing 1, and a ring, the amount of helium leaks is less than 1×10 to 8 Torr-l/s, and, as for aggravation of seal nature, durability test order was not accepted after the durability test.

[0036] (Example of a comparison) It sets at the above-mentioned low attachment process, and is silver 63. The wax material of weight %, 35.25 % of the weight of copper, and 1.75 % of the weight of titanium was used. Making temperature at the time of low attachment into 850 degrees C, the holding time in this low attachment temperature was set as for 10 minutes, and obtained the zygote of the example of a comparison.

[0037] When the durability test under the vacuum of the above-mentioned elevated temperature and the durability test in a hot oxidizing atmosphere were presented with this zygote, although the amount of helium leaks of all was less than 1×10 to 8 Torr-l/s before the durability test, after the durability test, it is over 1×10^{-7} Torr-l/s, and deterioration of seal nature was accepted. As a cause by which seal nature deteriorated, in the case of a vacuum test, volatilization of silver influences, and since there is no protective coat in being an oxidation test, and oxidation of a wax material layer advanced, it thinks.

[0038] (Suitable gestalt for a joint) Each drawing 4 - drawing 10 illustrates each suitable cementation gestalt to apply the zygote of this invention.

[0039] In the cementation gestalt of drawing 4, the end side 10 of a ring 3 is joined to back 6b of a susceptor 6. In drawing 4 - drawing 10, a ring consists of covar preferably and a susceptor consists of aluminum nitride preferably. Here, as for the value (l/t) which broke the width of face 1 of the wax material layer 11 by thickness t of a ring 3, it is desirable to carry out to 1.5 or more and 20 or less, and it is much more desirable to carry out to 2 or more and 10 or less, and it tends to ease the thermal stress generated in a joint 5 by this.

[0040] The thermal stress generated in a joint 5 can be further eased also by [as / in the cementation gestalt of drawing 5] setting thickness t of ring 3A to 0.8mm or less. However, the thickness of a ring is usually 1.0mm or more.

[0041] Moreover, as shown in drawing 6 - drawing 9, by preparing C side or the Rth page in the front face of a ring in which a wax material layer is prepared, and/or the front face of a susceptor, the fillet configuration of a wax material layer can be controlled and the residual stress of a joint becomes small by this.

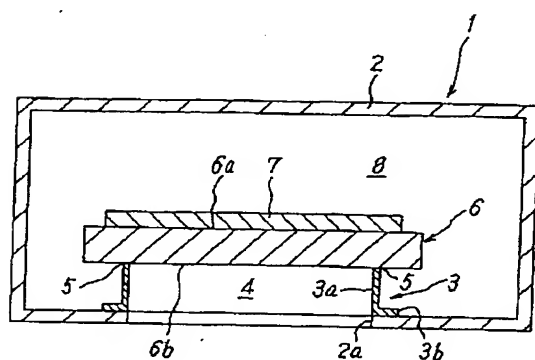
[0042] For example, as shown in drawing 6, the C side 12 can be established in the end side 10 side of ring 3B. Moreover, as shown in drawing 7, by establishing the C side 13 in the periphery edge surface side of a susceptor 6, the thickness of the wax material layer 11 inclines gently, and residual stress becomes small.

[0043] Moreover, as shown in drawing 8, it can see superficially, the circular crevice 15 can be established in the inner skin side of a susceptor 6, and the C side 16 can be established in the periphery of a crevice 15. And a part of wax material layer 11 is located in the C side 16. Moreover, as shown in drawing 9, the C side 13 by the side of a peripheral face, and a crevice 15 and the C side 16 by the side of inner skin can be simultaneously established in a susceptor 6. Of course, in each gestalt of drawing 7, drawing 8, and drawing 9, C side and the Rth page can be prepared also in a ring 3 side.

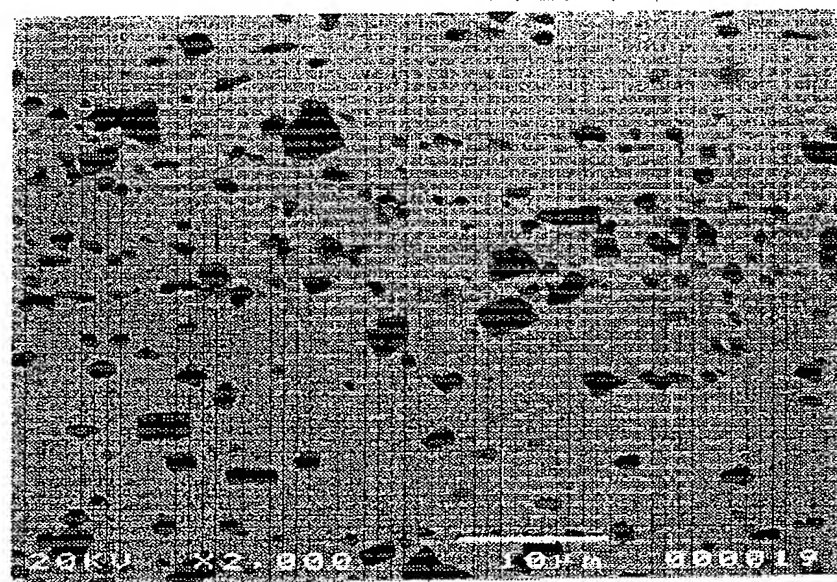
[0044] Moreover, in a part for the joint of a ring and a susceptor, irregularity can be prepared in a ring and/or a susceptor. For example, in drawing 10, the perimeter of ring 3C is covered preferably and irregularity is prepared in a part for the joint on the back of a susceptor of ring 3C. 17 is a crevice, 18 is heights and a crevice 17 and heights 18 are repeated by turns. According to this, the thick portion 17 and the closing-in portion 18 are repeated by turns by the wax material layer 11. It is easy to raise a degree of vacuum at the time of low attachment, for this reason hard to produce the defect by wax material who gets wet by adopting such structure.

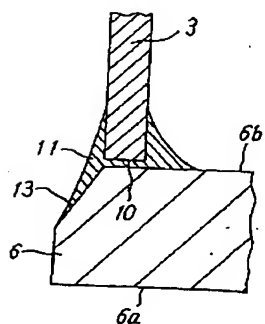
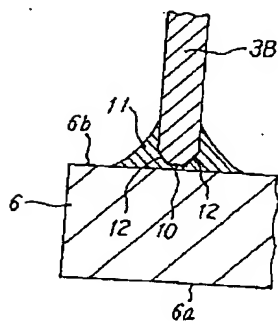
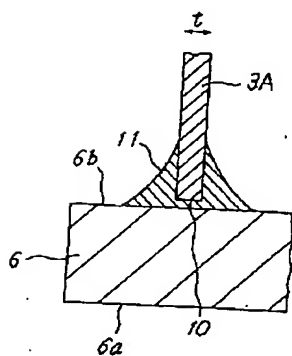
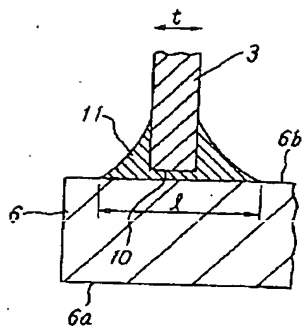
[0045]

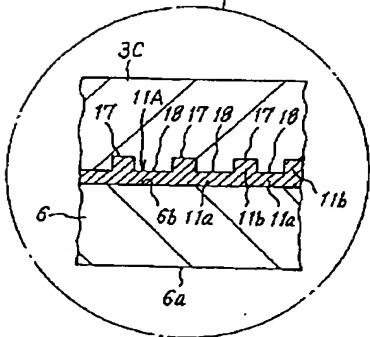
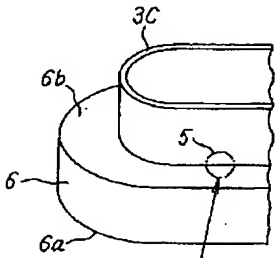
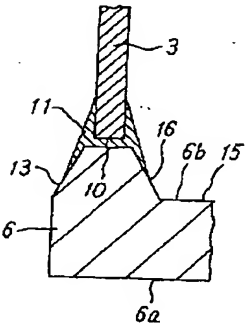
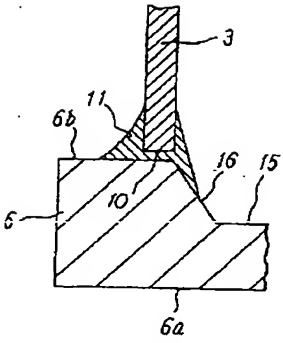
[Effect of the Invention] According to this invention, as stated above, a ceramic member and a metal member are joined by the metal wax material layer, and also when a wax material layer is exposed at an elevated temperature to an oxidizing atmosphere and a high vacuum ambient atmosphere on the occasion of obtaining a zygote, a cementation condition can be maintained over a long period of time.



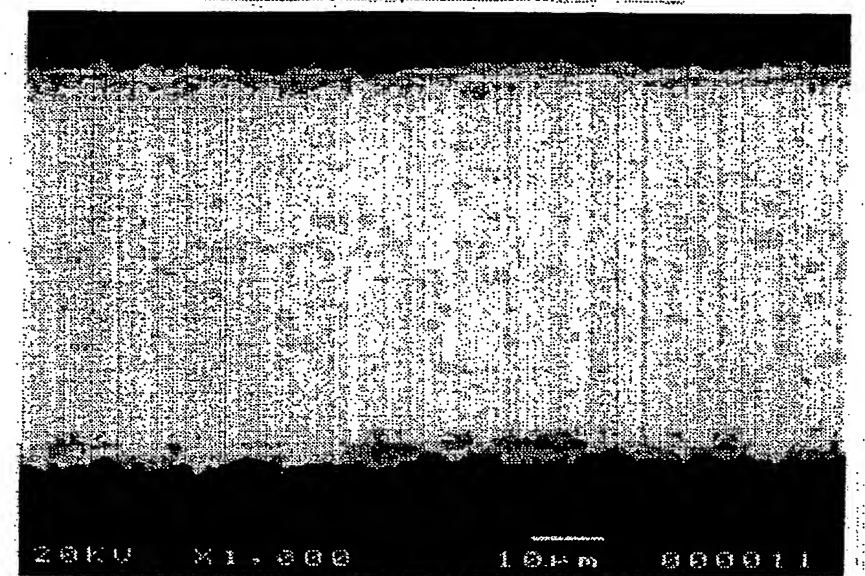
図面代用写真







図面代用写真



[Translation done.]